

Röntgenbeugung (XRD): Quantitative Analyse von Phasenzusammensetzungen

Die Kristallstruktur von Keramiken, Metallen und Polymeren hat einen wesentlichen Einfluss auf deren physikalische, chemische und biologische Eigenschaften. Sogar Materialien mit identischer chemischer Zusammensetzung, aber unterschiedlichen Strukturen, können sich in vielen Aspekten drastisch unterscheiden. Ein bekanntes Beispiel für solche sogenannten Polymorphe sind Diamant und Graphit. Beide bestehen aus Kohlenstoff, aber während Diamant hart, transparent und wertvoll ist, ist Graphit weich, schwarz und von keinem besonderen Wert. Ähnliche Beispiele finden sich bei Biomaterialien (z. B. Kalziumphosphat-Knochenersatz, Yttrium-stabilisierte Zirkonoxid-Dentalimplantate) und Metallen (z. B. Stahl-Allotrope), in denen Polymorphe mit unterschiedlichen physikalischen, chemischen oder biologischen Eigenschaften vorkommen.

Eine chemische Analyse alleine liefert keine Informationen über die Kristallstruktur von Keramiken und Metallen. Diese Information ist jedoch essentiell für eine vollständige Charakterisierung der Materialien und somit auch für die Beurteilung, ob die Probe der Spezifikation entspricht. Pulver-Röntgenbeugung (X-ray diffraction, XRD) identifiziert kristalline Phasen anhand der geometrischen Anordnung der Atome in der Kristallstruktur (Abb.). Polymorphe und andere chemisch ähnliche Substanzen lassen sich somit leicht unterscheiden. XRD ist deshalb eine Standardmethode zur qualitativen und quantitativen Analyse von Phosphat-, Sulfat-, Karbonat-, Zirkonoxid- und Aluminiumoxid-Biokeramiken, sowie technischen Keramiken (Oxide, Karbide, Nitride), Baumaterialien (Beton, Asbest, Steinwolle), Mineralien (Gesteine, Erze) und Metallen.

Literatur:

- [1] Döbelin, N. et al. (2009). *Key Engineering Materials* 396 - 398: 595 - 598.
- [2] Döbelin, N. et al. (2010). *Journal of the American Ceramic Society* 93(10): 3455-3463.
- [3] Doebelin, N. et al. (2012). *Key Engineering Materials* 493-494: 219-224.
- [4] Doebelin, N. and R. Kleeberg (2015). *Journal of Applied Crystallography* 48(5): 1573-1580.
- [5] Döbelin, N. (2015). *Powder Diffraction* 30(3): 231-241.

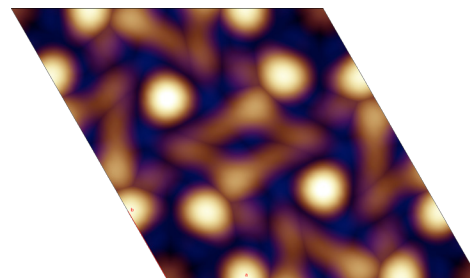
XRD wird standardmässig für folgende Analysen angewendet:

- Qualitative Identifikation von kristallinen Phasen
- Quantifizierung von Phasenzusammensetzungen
- Verifizierung der Phasenreinheit durch Bestimmung von Kontaminationen
- Ca:P-Verhältnis von Kalziumphosphat-Biokeramik
- Reaktionsgrad von Knochen- und Bauelementen

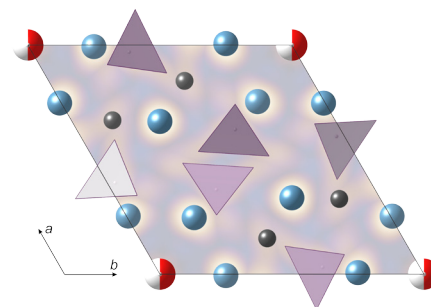
Die RMS Foundation ist ein Kompetenzzentrum für XRD-Analysen an anorganischen Materialien mit vielen Jahren praktischer Erfahrung [1-5]. Unseren Kunden bieten wir eine stetig wachsende Anzahl von ISO/IEC 17025-akkreditierten Analysen an:

- Phasenzusammensetzung von Kalziumphosphat-Biokeramik (ASTM F1088, ISO 13175-3, ISO 13779-3)
- Ca:P-Verhältnis von Kalziumphosphat-Biokeramik (ISO 13779-3)
- Röntgenografische Charakterisierung von Biokeramik (ISO 10993-14)

Phasenidentifikation und -quantifizierung von anderen anorganischen Proben bieten wir als nicht-akkreditierte Dienstleistung an.



Abbildungen: Die Elektronendichteverteilung in der Hydroxylapatit-Struktur wird mittels XRD bestimmt (oben). Daraus lassen sich die Atompositionen und somit ein Modell der Kristallstruktur ableiten (unten).



Newsletter 23

Ausrüstung:

- Bruker D8 Advance Pulver-Röntgendiffraktometer mit CuK α -Strahlung und LynxEye XE-Detektor. Probenböden für Messungen in Reflexion und Transmission (Glas-kapillare)
- Mühle «McCrone Micronizing Mill»
- ICDD PDF-4+ Strukturdatenbank
- Software «Profex» für Rietveld-Verfeinerung

Proben und Resultate:

- 1 g Material wird benötigt. Die Probe wird in Isopropanol gemahlen.
- Detektionsgrenzen hängen von der Probenzusammensetzung ab. Unter idealen Bedingungen werden 0.2 wt-% erreicht. Komplexe Zusammensetzungen oder geringe Kristallinität können die Detektionsgrenze erhöhen.

Besprechen Sie Ihre Fragestellungen mit uns! Wir beraten Sie gerne.

Kontakt für Röntgenbeugung (XRD):

Dr. Nicola Döbelin

Telefon +41 32 644 20 41

nicola.doebelin@rms-foundation.ch

Weitere Informationen sowie unseren Dienstleistungskatalog finden Sie auf unserer Website.

Die RMS Foundation ist ein nach ISO 9001 zertifiziertes und ISO/IEC 17025 akkreditiertes Prüflabor Typ C.

Schreiben Sie sich in die Versandliste ein und lesen Sie weitere Newsletter zu anderen Themen.

